

特 許 協 力 条 約

P C T

特許性に関する国際予備報告（特許協力条約第二章）

（法第 12 条、法施行規則第 56 条）
〔P C T36 条及びP C T規則 70〕

出願人又は代理人 の書類記号 62199CT	今後の手続きについては、様式P C T／I P E A／4 1 6を参照すること。	
国際出願番号 P C T／J P 2 0 0 5／0 0 5 7 6 9	国際出願日 (日. 月. 年) 2 8. 0 3. 2 0 0 5	優先日 (日. 月. 年) 2 9. 0 3. 2 0 0 4
国際特許分類 (I P C) Int.Cl. H01L21/304 (2006. 01) i		
出願人 (氏名又は名称) ニッタ・ハース株式会社		

1. この報告書は、P C T35 条に基づきこの国際予備審査機関で作成された国際予備審査報告である。 法施行規則第 57 条 (P C T36 条) の規定に従い送付する。	
2. この国際予備審査報告は、この表紙を含めて全部で 3 ページからなる。	
3. この報告には次の附属物件も添付されている。 a. <input checked="" type="checkbox"/> 附属書類は全部で 5 ページである。 <input checked="" type="checkbox"/> 補正されて、この報告の基礎とされた及び／又はこの国際予備審査機関が認めた訂正を含む明細書、請求の範囲及び／又は図面の用紙 (P C T規則 70. 16 及び実施細則第 607 号参照) <input type="checkbox"/> 第 I 欄 4. 及び補充欄に示したように、出願時における国際出願の開示の範囲を超えた補正を含むものとこの国際予備審査機関が認定した差替え用紙 b. <input type="checkbox"/> 電子媒体は全部で (電子媒体の種類、数を示す)。 配列表に関する補充欄に示すように、電子形式による配列表又は配列表に関連するテーブルを含む。 (実施細則第 802 号参照)	
4. この国際予備審査報告は、次の内容を含む。 <input checked="" type="checkbox"/> 第 I 欄 国際予備審査報告の基礎 <input type="checkbox"/> 第 II 欄 優先権 <input type="checkbox"/> 第 III 欄 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての国際予備審査報告の不作成 <input type="checkbox"/> 第 IV 欄 発明の単一性の欠如 <input checked="" type="checkbox"/> 第 V 欄 P C T35条(2)に規定する新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての見解、それを裏付けるための文献及び説明 <input type="checkbox"/> 第 VI 欄 ある種の引用文献 <input type="checkbox"/> 第 VII 欄 国際出願の不備 <input type="checkbox"/> 第 VIII 欄 国際出願に対する意見	

国際予備審査の請求書を受理した日 2 6. 0 1. 2 0 0 6	国際予備審査報告を作成した日 2 1. 0 7. 2 0 0 6		
名称及びあて先 日本国特許庁 (I P E A／J P) 郵便番号 1 0 0－8 9 1 5 東京都千代田区霞が関三丁目 4 番 3 号	特許庁審査官 (権限のある職員) 小野田 達志	3 P	3 1 1 7
	電話番号 0 3－3 5 8 1－1 1 0 1 内線 3 3 6 4		

第 I 欄 報告の基礎

1. 言語に関し、この予備審査報告は以下のものを基礎とした。

- ☒ 出願時の言語による国際出願
- ☐ 出願時の言語から次の目的のための言語である _____ 語に翻訳された、この国際出願の翻訳文
- ☐ 国際調査（PCT規則12.3(a)及び23.1(b)）
- ☐ 国際公開（PCT規則12.4(a)）
- ☐ 国際予備審査（PCT規則55.2(a)又は55.3(a)）

2. この報告は下記の出願書類を基礎とした。（法第6条（PCT14条）の規定に基づく命令に応答するために提出された差替え用紙は、この報告において「出願時」とし、この報告に添付していない。）

- ☐ 出願時の国際出願書類
- ☒ 明細書
- | | | | |
|---------|-----------|-------|---------------------------------|
| 第 _____ | 1-2, 5-12 | ページ、 | 出願時に提出されたもの |
| 第 _____ | 4, 13 | ページ*、 | 26. 01. 2006 付けで国際予備審査機関が受理したもの |
| 第 _____ | 3, 14 | ページ*、 | 09. 06. 2006 付けで国際予備審査機関が受理したもの |
- ☒ 請求の範囲
- | | | | |
|---------|--------|------------------------|---------------------------------|
| 第 _____ | 項、 | 出願時に提出されたもの | |
| 第 _____ | 項*、 | PCT 19 条の規定に基づき補正されたもの | |
| 第 _____ | 2 | 項*、 | 26. 01. 2006 付けで国際予備審査機関が受理したもの |
| 第 _____ | 1, 6-7 | 項*、 | 09. 06. 2006 付けで国際予備審査機関が受理したもの |
- ☐ 図面
- | | | |
|---------|---------|--------------------|
| 第 _____ | ページ／図、 | 出願時に提出されたもの |
| 第 _____ | ページ／図*、 | 付けで国際予備審査機関が受理したもの |
| 第 _____ | ページ／図*、 | 付けで国際予備審査機関が受理したもの |
- ☐ 配列表又は関連するテーブル
- 配列表に関する補充欄を参照すること。

3. ☒ 補正により、下記の書類が削除された。

- ☐ 明細書 第 _____ ページ
- ☒ 請求の範囲 第 _____ 3-5 項
- ☐ 図面 第 _____ ページ／図
- ☐ 配列表（具体的に記載すること） _____
- ☐ 配列表に関連するテーブル（具体的に記載すること） _____

4. ☐ この報告は、補充欄に示したように、この報告に添付されかつ以下に示した補正が出願時における開示の範囲を超えてされたものと認められるので、その補正がされなかったものとして作成した。（PCT規則 70.2o）

- ☐ 明細書 第 _____ ページ
- ☐ 請求の範囲 第 _____ 項
- ☐ 図面 第 _____ ページ／図
- ☐ 配列表（具体的に記載すること） _____
- ☐ 配列表に関連するテーブル（具体的に記載すること） _____

* 4. に該当する場合、その用紙に “superseded” と記入されることがある。

第Ⅴ欄 新規性、進歩性又は産業上の利用可能性についての法第12条（PCT35条(2)）に定める見解、それを裏付ける文献及び説明

1. 見解

新規性（N）	請求の範囲	1-2, 6-7	有
	請求の範囲		無
進歩性（IS）	請求の範囲		有
	請求の範囲	1-2, 6-7	無
産業上の利用可能性（IA）	請求の範囲	1-2, 6-7	有
	請求の範囲		無

2. 文献及び説明（PCT規則70.7）

文献1:JP 2001-26771 A(株式会社フジミインコーポレーテッド)2001.01.30, 特許請求の範囲, 第5欄第29-50行, 第10欄第5-25行, 表1 & US 6248144 B1

請求の範囲1-2, 6-7に係る発明は、国際調査報告で引用された文献1より進歩性を有しない。文献1には混合物のpHとして2～4が示されている。アルカリ水溶液のpHについては明記がないが、混合物との混合によりpH9～12となす旨の記載を参酌すれば、12～14程度のpHは適宜採用し得たものというべきである。そして、アルカリ水溶液に対して混合物を添加することについては記載されていないが、アルカリ水溶液と混合物とのうち、どちらに対してどちらを添加するかは二者択一の事項であり、また本願出願前においては、混合物に対してアルカリ水溶液を添加することも、アルカリ水溶液に対して混合物を添加すること(例えばJP2003-268354 A(ロデール・ニッタ株式会社)2003.09.25, 特許請求の範囲 など)も、共に普通に行われていたことでもある。二者択一の周知技術のうち的一方を選択することは、当業者が適宜なしえたことにすぎない。

出願人の指摘する「…pHの差が非常に大きな2液を混合したときのpHショックは極めて大きく…」なる点は、国際調査報告で引用された文献1においてもpHの差が非常に大きな2液を混合しているといえるから、格別なこととはいえない。

ルカリ金属の水酸化物およびアルカリ土類金属の水酸化物から選ばれる1種または2種以上であることを特徴とする。

発明を実施するための最良の形態

[0004] 以下本発明の好適な実施例を詳細に説明する。

本発明の半導体研磨用組成物は、砥粒としてヒュームドシリカを含み、このヒュームドシリカの分散前における粉体のかさ密度は、50g/L以上100g/L未満が好ましく、75g/L以上85g/L以下がより好ましい。

ヒュームドシリカのかさ密度が50g/Lより低くなると、輸送用容器内を占める空気の割合が大きくなり、粉体の取り扱いが難しく、輸送コストも非常に高くなる。また、かさ密度が100g/L以上の場合、輸送用容器に充填する際の圧力が高すぎるため、組成物製造時に分散し難く、さらに製造後の輸送時などに凝集を生じ易い。

ヒュームドシリカのかさ密度を好適な範囲とすることで、ヒュームドシリカの凝集を防止し、半導体デバイスに研磨傷を発生させることなく、半導体デバイスを効率良くかつ高精度に研磨することができ、研磨速度の高い半導体研磨用組成物を実現できる。また、かさ密度を従来の50g/Lより高くすることで、粉体を取り扱い易くし、輸送コストも低減することができる。

さらに、ヒュームドシリカのかさ密度を、75g/L以上85g/L以下とすることにより、組成物製造時に分散し易く、凝集が生じ難くなる。これは、一般的なかさ密度である50g/Lより比較的高いかさ密度とする、すなわち単位体積当たりの重量を増加させることで、分散媒である水へのいわゆる食い込み性が向上し、分散しやすくなるものと考えられる。

ヒュームドシリカのかさ密度を制御する方法としては、以下のような方法がある。

1つの面が開放された直方体形状の充填容器に、所定の重量のヒュームドシリカを計量して投入し、開放面に垂直な方向に容器の内壁に沿って移動可能な加圧部材によって、投入したヒュームドシリカを開放面に対して垂直方向に加圧する。このとき、加圧されたヒュームドシリカの体積が、所望のかさ密度と、投入したヒュームドシリカ

	かさ密度 [g/L]	粗大粒子数 [Particles/0.5ml]
実施例 1	50 g/L	98.296
実施例 2	70 g/L	112.453
実施例 3	75 g/L	66.595
実施例 4	80 g/L	99.016
比較例 1	100 g/L	141.933

実施例1～4は、含まれる粗大粒子数が少なく、砥粒であるヒュームドシリカが十分に分散されていることがわかる。特に実施例3は、含まれる粗大粒子数が非常に少なく、最も分散状態が良好であることがわかる。これに対して比較例1は、粗大粒子数を非常に多く含み、分散状態が悪化していることがわかる。

以上のように、pH、剪断力、混合時間など製造時の各条件が同じであっても、かさ密度が異なると、研磨組成物の分散状態が異なり、かさ密度が50g/L以上100g/L未満であれば良好な分散状態が得られるが、かさ密度が100g/L以上になると、実用が困難である。

本発明は、その精神または主要な特徴から逸脱することなく、他のいろいろな形態で実施できる。したがって、前述の実施形態はあらゆる点で単なる例示に過ぎず、本発明の範囲は特許請求の範囲に示すものであって、明細書本文には何ら拘束されない。さらに、特許請求の範囲に属する変形や変更は全て本発明の範囲内のものである。

産業上の利用可能性

[0006] 本発明によれば、酸水溶液とヒュームドシリカとの混合物、およびアルカリ水溶液を調製し、前記アルカリ水溶液に対して前記混合物を連続的または断続的に添加して得られる。このヒュームドシリカの分散前における粉体のかさ密度は、50g/L以上100g/L未満が好ましく、75g/L以上85g/L以下がより好ましい。

ヒュームドシリカのかさ密度が50g/Lより低いと、粉体の取り扱いが難しく、また輸送コストが非常に高くなる。かさ密度が100g/L以上の場合、充填時に押し固められるため、組成物製造時に分散し難く、さらに製造後の輸送時などに凝集を生じ易い。ヒュームドシリカのかさ密度を50g/L以上100g/L未満とすることで、ヒュームドシリカの凝集を防止し、半導体デバイスに研磨傷を発生させることなく、半導体デバイス

調整することにより、ヒュームドシリカの水分散液を得る方法がある(たとえば、特開2001-26771号公報参照)。

実際に、上記の特許文献に記載された製造方法でヒュームドシリカを原料とする研磨用組成物を作製したところ、いずれの方法についても、剪断条件およびシリカ濃度などを規定することで、分散性の改善はみられるが、不十分であり、スラリー中に凝集物が多く存在した。

発明の開示

[0003] 原料となるヒュームドシリカは、取り扱い易さおよび原料輸送コストなどの観点から、かさ密度を高くした状態で輸送することが好ましい。かさ密度を高くするためには、ヒュームドシリカを輸送用容器に充填させる必要がある。ヒュームドシリカを容器に充填させる際に、加圧するなどして押し固めるので、加える圧力によって、シリカ粒子の表面状態などが変化する。これにより、剪断力、混合時間など製造時の各条件が同じであっても、輸送時の状態が異なると、分散状態が異なる研磨用組成物となってしまう。

本発明の目的は、ヒュームドシリカの凝集を防止し、半導体デバイスに研磨傷を発生させることなく、半導体デバイスを効率良くかつ高精度に研磨することができる半導体研磨用組成物を提供することである。

本発明は、砥粒としてヒュームドシリカを含む半導体研磨用組成物であって、酸水溶液とかさ密度が50g/L以上100g/L未満であるヒュームドシリカとの混合物、およびアルカリ水溶液を、前記混合物のpHが1～3となるように、前記アルカリ水溶液のpHが、12～14となるように調製し、前記アルカリ水溶液に対して前記混合物を連続的または断続的に添加して得られることを特徴とする半導体研磨用組成物である。

また本発明は、前記ヒュームドシリカの含有量が、組成物全量の10重量%～30重量%であることを特徴とする。

また本発明は、前記アルカリ水溶液が、研磨促進剤、酸化剤、有機酸、錯化剤、腐食防止剤および界面活性剤から選ばれる1種または2種以上を含有することを特徴とする。

また本発明は、前記アルカリ水溶液に含まれるアルカリが、水酸化アンモニウム、ア

を効率良くかつ高精度に研磨することができ、研磨速度の高い半導体研磨用組成物を実現できる。また、かさ密度を従来より高くすることで、粉体を取り扱い易くし、輸送コストも低減することができる。

また、アルカリ水溶液はpH12～14であり、混合物のpHが1～3である。

また本発明によれば、ヒュームドシリカの含有量が、組成物全量の10重量%～30重量%であることを特徴とする。これにより、ヒュームドシリカの分散性を向上し、凝集の発生をさらに防止することができる。

また本発明によれば、アルカリ水溶液は、研磨促進剤、酸化剤、有機酸、錯化剤、腐食防止剤および界面活性剤から選ばれる1種または2種以上を含有し、アルカリ水溶液に含まれるアルカリが、水酸化アンモニウム、アルカリ金属の水酸化物およびアルカリ土類金属の水酸化物から選ばれる1種または2種以上である。これにより、研磨精度および研磨速度を向上させることができる。

請求の範囲

- [1] (補正後) 砥粒としてヒュームドシリカを含む半導体研磨用組成物であって、酸水溶液とかさ密度が50g/L以上100g/L未満であるヒュームドシリカとの混合物、およびアルカリ水溶液を、前記混合物のpHが1～3となるように、前記アルカリ水溶液のpHが、12～14となるように調製し、前記アルカリ水溶液に対して前記混合物を連続的または断続的に添加して得られることを特徴とする半導体研磨用組成物。
- [2] 前記ヒュームドシリカの含有量が、組成物全量の10重量%～30重量%であることを特徴とする請求項1記載の半導体研磨用組成物。
- [3]
- [4] (削除)
- [5] (削除)
- [6] (補正後) 前記アルカリ水溶液が、研磨促進剤、酸化剤、有機酸、錯化剤、腐食防止剤および界面活性剤から選ばれる1種または2種以上を含有することを特徴とする請求項1または2記載の半導体研磨用組成物。
- [7] (補正後) 前記アルカリ水溶液に含まれるアルカリが、水酸化アンモニウム、アルカリ金属の水酸化物およびアルカリ土類金属の水酸化物から選ばれる1種または2種以上であることを特徴とする請求項1～3のいずれか1つに記載の半導体研磨用組成物。